



①⑨ **BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES  
PATENTAMT**

⑫ **Patentschrift**  
⑩ **DE 197 32 015 C 1**

⑤① Int. Cl.<sup>6</sup>:  
**A 61 K 7/06**  
A 61 K 7/50  
A 61 K 9/10  
C 07 C 219/08  
C 07 C 69/30

②① Aktenzeichen: 197 32 015.5-41  
②② Anmeldetag: 25. 7. 97  
④③ Offenlegungstag: -  
④⑤ Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung: 23. 7. 98

**DE 197 32 015 C 1**

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

⑦③ Patentinhaber:  
Henkel KGaA, 40589 Düsseldorf, DE

⑦② Erfinder:  
Bigorra, Joaquin, Dr., Sabadell, ES; Prat Queralt,  
Esther, Dr., Alella, ES; Pi Subirana, Rafael, Dr.,  
Granollers, ES

⑤⑥ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht  
gezogene Druckschriften:  
EP 06 89 532 B1

⑤④ Selbstemulgierende Zubereitungen

⑤⑦ Vorgeschlagen werden neue selbstemulgierende Zubereitungen, enthaltend  
(a) 20 bis 25 Gew. % Esterquats  
(b) 60 bis 65 Gew. % Ölkörper und  
(c) 10 bis 20 Gew. % Emulgatoren vom Typ der Partialglyceride von Fettsäuren mit 6 bis 14 Kohlenstoffatomen, mit der Maßgabe, daß sich die Mengenangaben zu 100 Gew. % ergänzen. Die Mischungen lassen in Wasser spontan Emulsionen und können unmittelbar beispielsweise als Haarkonditionierungsmittel verwendet werden.

**DE 197 32 015 C 1**

## Beschreibung

## Gebiet der Erfindung

- 5 Die Erfindung betrifft selbstemulgierende Zubereitungen mit einem definierten Gehalt an Esterquats, Ölkörpern und ausgewählten Emulgatoren sowie die Verwendung der Zubereitungen zur Herstellung von kosmetischen Mitteln.

## Stand der Technik

- 10 Moderne Haarbehandlungsmittel enthalten neben oberflächenaktiven Substanzen, die für die Reinigung der Haare zuständig sind, vor allem auch kationische Verbindungen, die auf die Fasern aufziehen und ihnen gleichzeitig einen angenehmen Weichgriff verleihen und die elektrostatische Aufladung herabsetzen. Typische Beispiele für solche Kationenside sind quaternierte Fettsäurealkanolaminester, die üblicherweise als Esterquats bezeichnet werden. Zur Herstellung von Haarbehandlungsmitteln, speziell Haarkonditionierungsmitteln, werden die einzelnen Komponenten üblicherweise ein-  
 15 zeln in Wasser gelöst oder dispergiert, wobei die Einsatzstoffe sowohl wasserfrei vorliegen können als auch als wässrige und/oder alkoholische Lösungen. Üblicherweise erfolgt die Herstellung in einem Heißprozeß, d. h. die Vermischung findet bei 70 bis 80°C unter starkem Rühren statt. Ziel sind dabei möglichst homogene, feinteilige und damit auch lagerstabile Emulsionen, die insbesondere im Laufe der Zeit nicht ihre Viskosität verändern.

- Aus der Europäischen Patentschrift EP 0689532 B1 (Henkel) ist ein Verfahren zur Herstellung von schuppharen Esterquats bekannt, bei dem man die Quaternierung der Triethanolaminfettsäureester in Gegenwart von Fettalkoholen oder  
 20 Dialkylethern sowie gegebenenfalls zusätzlich Fettalkoholpolyglycolethern, ethoxylierten Partialglyceriden und/oder Alkyloligoglycosiden vornimmt. Die Quaternierung der Triethanolaminfettsäureester in Gegenwart von Alkyloligoglycosiden, Fettsäure-N-alkylglucamiden, ethoxylierten Partialglyceriden oder Oligoglycerinen wird in der Deutschen Patentschrift DE 43 35 782 C1 (Henkel) beschrieben. Haarbehandlungsmittel, die Alkylglucoside zusammen mit Esterquats und Ölkörpern enthalten, sind ferner aus der Europäischen Patentschrift EP 0680314 B1 (Henkel) bekannt.

- Obwohl Haarbehandlungsmittel in Form wässriger Emulsionen mit Esterquats und Ölkörpern im Markt erhältlich sind, besteht doch nach wie vor ein Bedürfnis nach einem selbstemulgierenden Konzentrat, das in Wasser spontan eine  
 25 homogene und stabile Emulsion bildet, die unmittelbar als kosmetisches Mittel eingesetzt werden kann. Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung hat somit darin bestanden, selbstemulgierende Zubereitungen auf Basis von Esterquats zur Verfügung zu stellen, die beim Eintragen in Wasser spontan Emulsionen bilden, die sich durch besondere Homogenität und Lagerstabilität auszeichnen und unmittelbar als kosmetische Mittel verwendet werden können.

## Beschreibung der Erfindung

- 35 Gegenstand der Erfindung sind selbstemulgierende Zubereitungen, enthaltend

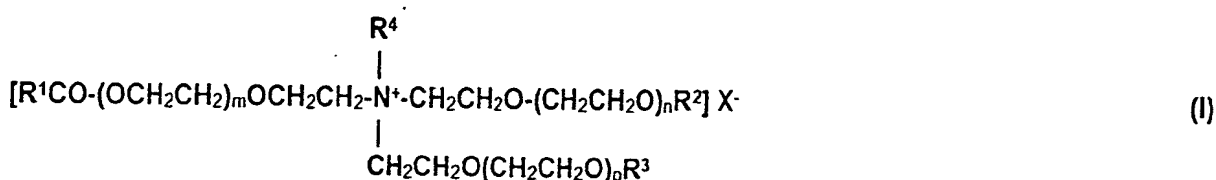
- (a) 20 bis 25 Gew.-% Esterquats
- (b) 60 bis 65 Gew.-% Ölkörper und
- (c) 10 bis 20 Gew.-% Emulgatoren vom Typ der Partialglyceride von Fettsäuren mit 6 bis 14 Kohlenstoffatomen,  
 40 mit der Maßgabe, daß sich die Mengenangaben zu 100 Gew.-% ergänzen.

- Überraschenderweise wurde gefunden, daß die Zubereitungen selbstemulgierend sind, d. h. beim Eintragen in Wasser spontan stabile und sehr homogene Emulsionen ergeben, die unmittelbar, beispielsweise als Haarkonditionierungsmittel eingesetzt werden können. Die Erfindung schließt die Erkenntnis ein, daß die Emulsionen schon unter Verwendung sehr geringer Mengen der Zubereitungen entstehen und auch bei Temperaturbelastung nicht nennenswert eindicken, d. h. eine  
 45 konstante Viskosität besitzen.

## Esterquats

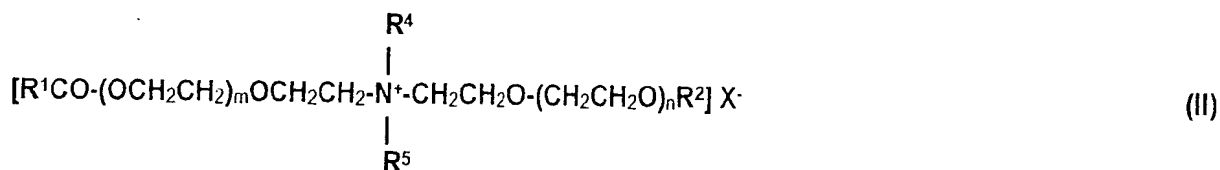
- 50 Unter der Bezeichnung "Esterquats" werden im allgemeinen quaternierte Fettsäuretriethanolaminestersalze verstanden. Es handelt sich dabei um bekannte Stoffe, die man nach den einschlägigen Methoden der präparativen organischen Chemie erhalten kann. In diesem Zusammenhang sei auf die Internationale Patentanmeldung WO 91/01295 A1 (Henkel) verwiesen, nach der man Triethanolamin in Gegenwart von unterphosphoriger Säure mit Fettsäuren partiell verestert, Luft durchleitet und anschließend mit Dimethylsulfat oder Ethylenoxid quaterniert. Aus der Deutschen Patentschrift  
 55 DE 43 08 794 C1 (Henkel) ist überdies ein Verfahren zur Herstellung fester Esterquats bekannt, bei dem man die Quaternierung von Triethanolaminestern in Gegenwart von geeigneten Dispergatoren, vorzugsweise Fettalkoholen, durchführt. Übersichten zu diesem Thema sind beispielsweise von R. Puchta et al. in Tens. Surf. Det., 30, 186 (1993), M. Brock in Tens. Surf. Det., 30, 394 (1993), R. Lagerman et al. in J. Am. Oil. Chem. Soc., 71, 97 (1994) sowie I. Shapiro in Cosm. Toil., 109, 77 (1994) erschienen.

- 60 Die quaternierten Fettsäuretriethanolaminestersalze folgen der Formel (I),



in der  $R^1CO$  für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $R^2$  und  $R^3$  unabhängig voneinander für Wasserstoff oder  $R^1CO$ ,  $R^4$  für einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder eine  $(CH_2CH_2O)_qH$ -Gruppe,  $m$ ,  $n$  und  $p$  in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12,  $q$  für Zahlen von 1 bis 12 und  $X$  für Halogenid Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht. Typische Beispiele für Esterquats, die im Sinne der Erfindung Verwendung finden können, sind Produkte auf Basis von Capronsäure, Caprylsäure, Caprinsäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Isostearinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Elaidinsäure, Arachinsäure, Behensäure und Erucasäure sowie deren technische Mischungen, wie sie beispielsweise bei der Druckspaltung natürlicher Fette und Öle anfallen. Vorzugsweise werden technische  $C_{12/18}$ -Kokostettsäuren und insbesondere teilgehärtete  $C_{16/18}$ -Talg- bzw. Palmfettsäuren sowie elaidinsäurereiche  $C_{16/18}$ -Fettsäureschnitte eingesetzt. Zur Herstellung der quaternierten Ester können die Fettsäuren und das Triethanolamin im molaren Verhältnis von 1,1 : 1 bis 3 : 1 eingesetzt werden. Im Hinblick auf die anwendungstechnischen Eigenschaften der Esterquats hat sich ein Einsatzverhältnis von 1,2 : 1 bis 2,2 : 1, vorzugsweise 1,5 : 1 bis 1,9 : 1 als besonders vorteilhaft erwiesen. Die bevorzugten Esterquats stellen technische Mischungen von Mono-, Di- und Triestern mit einem durchschnittlichen Veresterungsgrad von 1,5 bis 1,9 dar und leiten sich von technischer  $C_{16/18}$ -Talg- bzw. Palmfettsäure (Iodzahl 0 bis 40) ab. Aus anwendungstechnischer Sicht haben sich quaternierte Fettsäuretriethanolaminestersalze der Formel (I) als besonders vorteilhaft erwiesen, in der  $R^1CO$  für einen Acylrest mit 16 bis 18 Kohlenstoffatomen,  $R^2$  für  $R^1CO$ ,  $R^3$  für Wasserstoff,  $R^4$  für eine Methylgruppe,  $m$ ,  $n$  und  $p$  für 0 und  $X$  für Methylsulfat steht.

Neben den quaternierten Fettsäuretriethanolaminestersalzen kommen als Esterquats ferner auch quaternierte Ester-salze von Fettsäuren mit Diethanolalkylaminen der Formel (II) in Betracht.



in der  $R^1CO$  für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $R^2$  für Wasserstoff oder  $R^1CO$ ,  $R^4$  und  $R^5$  unabhängig voneinander für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen,  $m$  und  $n$  in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12 und  $X$  für Halogenid, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht.

Als weitere Gruppe geeigneter Esterquats sind schließlich die quaternierten Estersalze von Fettsäuren mit 1,2-Dihydroxypropyldialkylaminen der Formel (III) zu nennen.

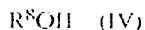


in der  $R^1CO$  für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $R^2$  für Wasserstoff oder  $R^1CO$ ,  $R^4$ ,  $R^6$  und  $R^7$  unabhängig voneinander für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen,  $m$  und  $n$  in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12 und  $X$  für Halogenid, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht.

Hinsichtlich der Auswahl der bevorzugten Fettsäuren und des optimalen Veresterungsgrades gelten die für (I) genannten Beispiele auch für die Esterquats der Formeln (II) und (III). Üblicherweise gelangen die Esterquats in Form 50 bis 90 Gew.-%iger alkoholischer Lösungen in den Handel, die bei Bedarf problemlos mit Wasser verdünnt werden können.

#### Ölkörper

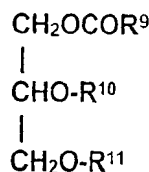
Die erfindungsgemäßen Zubereitungen enthalten als Ölkörper vorzugsweise Fettalkohole der Formel (IV).



in der  $R^8$  für einen linearen oder verzweigten Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen steht. Typische Beispiele sind Capronalkohol, Caprylalkohol, 2-Ethylhexylalkohol, Caprinalkohol, Laurylalkohol, Isotridecylalkohol, Myristylalkohol, Cetylalkohol, Palmöylalkohol, Stearylalkohol, Isostearylalkohol, Oleylalkohol, Elaidylalkohol, Petroselinylalkohol, Linolylalkohol, Linolenylalkohol, Elaeostearylalkohol, Arachylalkohol, Gadoleylalkohol, Behenylalkohol, Erucylalkohol und Brassidylalkohol sowie deren technische Mischungen, die z. B. bei der Hochdruckhydrierung von technischen Methylestern auf Basis von Fetten und Ölen oder Aldehyden aus der Roelen'schen Oxy-synthese sowie als Monomerfraktion bei der Dimerisierung von ungesättigten Fettalkoholen anfallen. Bevorzugt sind technische

Fettalkohole mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen wie beispielsweise Kokos-, Palme-, Palmkern- oder Talgfettalkohol.

Zubereitungen, die Fettalkohole als Ölkörper enthalten, weisen eine vergleichsweise hohe Viskosität auf. Sollten niedrigviskose Zubereitungen gewünscht werden, empfiehlt es sich, die als Ölkörper bevorzugten Fettalkohole ganz oder zu einem Teil, beispielsweise zu 25 bis 75 Gew.-% durch langkettige Partialglyceride auszutauschen, die der Formel (V) folgen,



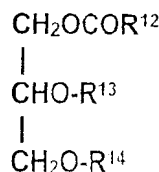
(V)

in der  $\text{R}^9\text{CO}$  für einen linearen oder verzweigten, gesättigten und/oder ungesättigten Acylrest mit 16 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $\text{R}^{10}$  und  $\text{R}^{11}$  unabhängig voneinander für Wasserstoff oder  $\text{R}^9\text{CO}$  steht, mit der Maßgabe, daß mindestens einer der beiden Reste  $\text{R}^{10}$  und  $\text{R}^{11}$  Wasserstoff darstellt. Typische Beispiele sind technische Mono/Diglyceride auf Basis von Palmitinsäure, Stearinsäure, Isostearinsäure, Ölsäure, Elaidinsäure, Behensäure und/oder Erucasäure. Vorzugsweise wird Stearinsäuremonoglycerid eingesetzt.

Als weitere Ölkörper kommen beispielsweise Guerbetalkohole auf Basis von Fettalkoholen mit 6 bis 18, vorzugsweise 8 bis 10 Kohlenstoffatomen, Ester von linearen  $\text{C}_6$ - $\text{C}_{22}$ -Fettsäuren mit linearen  $\text{C}_6$ - $\text{C}_{22}$ -Fettalkoholen, Ester von verzweigten  $\text{C}_6$ - $\text{C}_{13}$ -Carbonsäuren mit linearen  $\text{C}_6$ - $\text{C}_{22}$ -Fettalkoholen, Ester von linearen  $\text{C}_6$ - $\text{C}_{22}$ -Fettsäuren mit verzweigten Alkoholen, insbesondere 2-Ethylhexanol, Ester von linearen und/oder verzweigten Fettsäuren mit mehrwertigen Alkoholen (wie z. B. Propylenglycol, Dimendiol oder Trimetriol) und/oder Guerbetalkoholen, Triglyceride auf Basis  $\text{C}_6$ - $\text{C}_{10}$ -Fettsäuren, flüssige Mono-/Di-/Triglyceridmischungen auf Basis von  $\text{C}_6$ - $\text{C}_{18}$ -Fettsäuren, Ester von  $\text{C}_6$ - $\text{C}_{22}$ -Fettalkoholen und/oder Guerbetalkoholen mit aromatischen Carbonsäuren, insbesondere Benzoesäure, pflanzliche Öle, verzweigte primäre Alkohole, substituierte Cyclohexane, lineare  $\text{C}_6$ - $\text{C}_{22}$ -Fettalkoholcarbonate, Guerbetecarbonate, Ester der Benzoesäure mit linearen und/oder verzweigten  $\text{C}_6$ - $\text{C}_{22}$ -Alkoholen (z. B. Finsolv<sup>®</sup> TN), Dialkylether, Ringöffnungsprodukte von epoxidierten Fettsäureestern mit Polyolen, Siliconöle und/oder aliphatische bzw. naphthenische Kohlenwasserstoffe in Betracht.

#### Emulgatoren

Die erfindungsgemäßen Zubereitungen enthalten als Emulgatoren kurzkettige Partialglyceride, die vorzugsweise der Formel (VI) folgen,



(VI)

in der  $\text{R}^{12}\text{CO}$  für einen Acylrest mit 12 bis 14 Kohlenstoffatomen,  $\text{R}^{13}$  und  $\text{R}^{14}$  unabhängig voneinander für Wasserstoff oder  $\text{R}^{12}\text{CO}$  steht, mit der Maßgabe, daß mindestens einer der beiden Reste  $\text{R}^{13}$  und  $\text{R}^{14}$  Wasserstoff darstellt. Typische Beispiele hierfür sind die Mono- und/oder Diglyceride auf Basis von  $\text{C}_8$ - $\text{C}_{10}$ -Vorläuffettsäure, Laurinsäure und Myristinsäure sowie deren technische Mischungen, insbesondere auch Mono- und/oder Diglyceride auf Basis entsprechender Kokosfettsäureschnitte. Vorzugsweise wird Laurinsäuremonoglycerid eingesetzt.

Als Co-Emulgatoren kommen beispielsweise nichtionogene Tenside aus mindestens einer der folgenden Gruppen in Frage:

- (1) Anlagerungsprodukte von 2 bis 30 Mol Ethylenoxid und/oder 0 bis 5 Mol Propylenoxid an lineare Fettalkohole mit 8 bis 22 C-Atomen, an Fettsäuren mit 12 bis 22 C-Atomen und an Alkylphenole mit 8 bis 15 C-Atomen in der Alkylgruppe;
- (2)  $\text{C}_{12/18}$ -Fettsäuremono- und -diester von Anlagerungsprodukten von 1 bis 30 Mol Ethylenoxid an Glycerin;
- (3) Sorbitanmono- und -diester von gesättigten und ungesättigten Fettsäuren mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen und deren Ethylenoxidanlagerungsprodukte;
- (4) Alkylmono- und -oligoglycoside mit 8 bis 22 Kohlenstoffatomen im Alkylrest und deren ethoxylierte Analoga;
- (5) Anlagerungsprodukte von 15 bis 60 Mol Ethylenoxid an Ricinusöl und/oder gehärtetes Ricinusöl;
- (6) Polyol- und insbesondere Polyglycerinester wie z. B. Polyglycerinpolyricinoleat oder Polyglycerinpoly-12-Hydroxystearat, ebenfalls geeignet sind Gemische von Verbindungen aus mehreren dieser Substanzklassen;
- (7) Anlagerungsprodukte von 2 bis 15 Mol Ethylenoxid an Ricinusöl und/oder gehärtetes Ricinusöl;
- (8) Partialester auf Basis linearer, verzweigter, ungesättigter bzw. gesättigter  $\text{C}_{6/22}$ -Fettsäuren, Ricinolsäure sowie 12-Hydroxystearinsäure und Glycerin, Polyglycerin, Pentaerythrit, Dipentaerythrit, Zuckeralkohole (z. B. Sorbit), Alkylglucoside (z. B. Methylglucosid, Butylglucosid, Laurylglucosid) sowie Polyglucoside (z. B. Cellulose);
- (9) Trialkylphosphate sowie Mono-, Di- und/oder Tri-PEG-alkylphosphate;
- (10) Wollwachsalkohole;
- (11) Polysiloxan-Polyalkyl-Polyether-Copolymere bzw. entsprechende Derivate;
- (12) Ester aus Pentaerythrit, Fettsäuren, Citronensäure und Fettalkohol gemäß DE-PS 11 65 574 und/oder

Mischester von Fettsäuren mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, Methylglucose und Polyolen, vorzugsweise Glycerin sowie  
(13) Polyalkylenglycole.

Die Anlagerungsprodukte von Ethylenoxid und/oder von Propylenoxid an Fettalkohole, Fettsäuren, Alkylphenole, Glycerinmono- und -diester sowie Sorbitanmono- und -diester von Fettsäuren oder an Ricinusöl stellen bekannte, im Handel erhältliche Produkte dar. Es handelt sich dabei um Homologengemische, deren mittlerer Alkoxyierungsgrad dem Verhältnis der Stoffmengen von Ethylenoxid und/oder Propylenoxid und Substrat, mit denen die Anlagerungsreaktion durchgeführt wird, entspricht. C<sub>12/18</sub>-Fettsäuremono- und -diester von Anlagerungsprodukten von Ethylenoxid an Glycerin sind aus DE 20 24 051 C3 als Rückfettungsmittel für kosmetische Zubereitungen bekannt.

C<sub>8/18</sub>-Alkylmono- und -oligoglycoside, ihre Herstellung und ihre Verwendung als oberflächenaktive Stoffe sind hinreichend aus der Literatur bekannt. Ihre Herstellung erfolgt insbesondere durch Umsetzung von Glucose oder Oligosacchariden mit primären Alkoholen mit 8 bis 18 C-Atomen. Bezüglich des Glycosidrestes gilt, daß sowohl Monoglycoside, bei denen ein cyclischer Zuckerrest glycosidisch an den Fettalkohol gebunden ist, als auch oligomere Glycoside mit einem Oligomerisationsgrad bis vorzugsweise etwa 8 geeignet sind. Der Oligomerisierungsgrad ist dabei ein statistischer Mittelwert, dem eine für solche technischen Produkte übliche Homologenverteilung zugrunde liegt.

Weiterhin können als Emulgatoren zwitterionische Tenside verwendet werden. Als zwitterionische Tenside werden solche oberflächenaktiven Verbindungen bezeichnet, die im Molekül mindestens eine quartäre Ammoniumgruppe und mindestens eine Carboxylat- und eine Sulfonatgruppe tragen. Besonders geeignete zwitterionische Tenside sind die sogenannten Betaine wie die N-Alkyl-N,N-dimethylammoniumglycinate, beispielsweise das Kokosalkyldimethylammoniumglycinat, N-Acylaminopropyl-N,N-dimethylammoniumglycinate, beispielsweise das Kokosacylamino-propyldimethylammoniumglycinat, und 2-Alkyl-3-carboxymethyl-3-hydroxyethylimidazoline mit jeweils 8 bis 18 C-Atomen in der Alkyl- oder Acylgruppe sowie das Kokosacylaminoethylhydroxyethylcarboxymethylglycinat. Besonders bevorzugt ist das unter der CFA-Bezeichnung Cocamidopropyl Betaine bekannte Fettsäureamid-Derivat. Ebenfalls geeignete Emulgatoren sind ampholytische Tenside. Unter ampholytischen Tensiden werden solche oberflächenaktiven Verbindungen verstanden, die außer einer C<sub>8/18</sub>-Alkyl- oder -Acylgruppe im Molekül mindestens eine freie Aminogruppe und mindestens eine -COOH- oder -SO<sub>3</sub>H-Gruppe enthalten und zur Ausbildung innerer Salze befähigt sind. Beispiele für geeignete ampholytische Tenside sind N-Alkylglycine, N-Alkylpropionsäuren, N-Alkylaminobuttersäuren, N-Alkyliminodipropionsäuren, N-Hydroxyethyl-N-alkylamidopropylglycine, N-Alkylaurine, N-Alkylsarcosine, 2-Alkylaminopropionsäuren und Alkylaminoessigsäuren mit jeweils etwa 8 bis 18 C-Atomen in der Alkylgruppe. Besonders bevorzugte ampholytische Tenside sind das N-Kokosalkylaminopropionat, das Kokosacylaminoethylaminopropionat und das C<sub>12/18</sub>-Acylsarcosin.

Vorzugsweise enthalten die erfindungsgemäßen Zubereitungen als Co-Emulgatoren Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside und Polyolpoly-12-hydroxystearate und insbesondere Alkyloligoglycoside und/oder Polyglycerinpoly-12-hydroxystearat.

#### Herstellverfahren

Die Herstellung der erfindungsgemäßen Zubereitungen kann durch Vermischen der einzelnen Komponenten vorzugsweise bei Temperaturen oberhalb deren Schmelzpunkte erfolgen. Es ist jedoch ebenfalls möglich, die Quaternierung der den Esterquats zugrundeliegenden Alkanolaminfettsäureester in Gegenwart der Ölkörper und/oder Emulgatoren durchzuführen. Auf diesem Wege werden unmittelbar lösemittelfreie Produkte erhalten, die sich leicht zu Schuppen verarbeiten lassen.

#### Gewerbliche Anwendbarkeit

Die erfindungsgemäßen Zubereitungen lösen sich spontan unter Emulsionsbildung in Wasser und ergeben dann schon bei sehr geringen Einsatzmengen von 1 bis 10 und vorzugsweise 2 bis 5 Gew.-% auch bei längerer Lagerung und Temperaturbelastung stabile Emulsionen, die unmittelbar für kosmetische Zwecke, beispielsweise als Haarkonditionierungsmittel verwendet werden können. Ein weiterer Gegenstand der Erfindung betrifft daher die Verwendung der genannten Zubereitungen zur Herstellung von kosmetischen Mitteln.

#### Kosmetische Mittel

Die kosmetischen Mittel, wie beispielsweise Haarschampoos, Haarkonditionierungsmittel, Haarlotionen, Schaumbäder, Cremes oder Lotionen, können ferner als weitere Hilfs- und Zusatzstoffe milde Tenside, Überfettungsmittel, Perlglanzwachse, Stabilisatoren, Konsistenzgeber, Verdickungsmittel, Kationpolymere, Siliconverbindungen, biogene Wirkstoffe, Antischuppenmittel, Filmbildner, Konservierungsmittel, Hydrotropé, Solubilisatoren, UV-Lichtschutzfilter, Insektenrepellentien, Selbstbräuner, Parfümöle, Farbstoffe und dergleichen enthalten.

Typische Beispiele für geeignete milde, d. h. besonders hautverträgliche Tenside sind Fettalkoholpolyglycolethersulfate, Monoglyceridsulfate, Mono- und/oder Dialkylsulfosuccinate, Fettsäuresarcosinate, Fettsäuresarcosinate, Fettsäureglutamate, Etherecarbonsäuren, Alkyloligoglycoside, Fettsäureglucamide, Alkylamidobetaine und/oder Proteinfettsäurekondensate, letztere vorzugsweise auf Basis von Weizenproteinen.

Als Überfettungsmittel können Substanzen wie beispielsweise Lanolin und Lecithin sowie polyethoxylierte oder acylierte Lanolin- und Lecithinderivate, Polyolfettsäureester, Monoglyceride und Fettsäurealkanolamide verwendet werden, wobei die letzteren gleichzeitig als Schaumstabilisatoren dienen.

Als Perlglanzwachse kommen beispielsweise in Frage: Alkylenglycolester, speziell Ethylenglycoldistearat; Fettsäurealkanolamide, speziell Kokosfettsäurediethanolamid; Parföglyceride, speziell Stearinsäuremonoglycerid; Ester von

mehrwertigen, gegebenenfalls hydroxysubstituierte Carbonsäuren mit Fettalkoholen mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, speziell langkettige Ester der Weinsäure; Fettstoffe, wie beispielsweise Fettalkohole, Fettketone, Fettaldehyde, Fettersäuren und Fettsäurecarbonate, die in Summe mindestens 24 Kohlenstoffatome aufweisen, speziell Lauron und Distearylether; Fettsäuren wie Stearinsäure, Hydroxystearinsäure oder Behensäure, Ringöffnungsprodukte von Olefinepoxiden mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen mit Fettalkoholen mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen und/oder Polyolen mit 2 bis 15 Kohlenstoffatomen und 2 bis 10 Hydroxylgruppen; sowie deren Mischungen.

Als Konsistenzgeber kommen in erster Linie Fettalkohole mit 12 bis 22 und vorzugsweise 16 bis 18 Kohlenstoffatomen und daneben Partialglyceride in Betracht. Bevorzugt ist eine Kombination dieser Stoffe mit Alkyloligoglucosiden und/oder Fettsäure-N-methylglucaniden gleicher Kettenlänge und/oder Polyglycerinpoly-12-hydroxystearaten. Geeignete Verdickungsmittel sind beispielsweise Polysaccharide, insbesondere Xanthan-Gum, Guar-Guar, Agar-Agar, Alginate und Tylosen, Carboxymethylcellulose und Hydroxyethylcellulose, ferner höhermolekulare Polyethylenglycolmono- und -diester von Fettsäuren, Polyacrylate, (z. B. Carbopole® von Goodrich oder Synthalene® von Sigma), Polyacrylamide, Polyvinylalkohol und Polyvinylpyrrolidon, Tenside wie beispielsweise ethoxylierte Fettsäureglyceride, Ester von Fettsäuren mit Polyolen wie beispielsweise Pentaerythrit oder Trimethylolpropan, Fettalkoholethoxylate mit eingenger Homologenverteilung oder Alkyloligoglucoside sowie Elektrolyte wie Kochsalz und Ammoniumchlorid.

Geeignete kationische Polymere sind beispielsweise kationische Cellulosederivate, wie z. B. ein quaternierte Hydroxyethylcellulose, die unter der Bezeichnung Polymer JR 400® von Amerchol erhältlich ist, kationische Stärke, Copolymere von Diallylaminiumsalzen und Acrylamiden, quaternierte Vinylpyrrolidon/Vinyl-imidazol-Polymere wie z. B. Luviquat® (BASF), Kondensationsprodukte von Polyglycolen und Aminen, quaternierte Kollagenpolypeptide wie beispielsweise Lauryldimonium hydroxypropyl hydrolyzed collagen (Lamequat®/Grünau), quaternierte Weizenpolypeptide, Polyethylenimin, kationische Siliconpolymere wie z. B. Anidomethicone, Copolymere der Adipinsäure und Dimethylaminohydroxypropyldiethylentriamin (Cartaretine®/Sandoz), Copolymere der Acrylsäure mit Dimethyldiallylaminiumchlorid (Merquat® 550/Chemvion), Polyaminopolyamide wie z. B. beschrieben in der FR 2252840 A1 sowie deren vernetzte wasserlöslichen Polymere, kationische Chitinderivate wie beispielsweise quaterniertes Chitosan, gegebenenfalls mikrokristallin verteilt, Kondensationsprodukte aus Dihalogenalkylen wie z. B. Dibrombutan mit Bisdialkylaminen wie z. B. Bis-Dimethylamino-1,3-propan, kationischer Guar-Gum wie z. B. Jaguar® CBS, Jaguar® C-17, Jaguar® C-16 der Celanese, quaternierte Ammoniumsalz-Polymere wie z. B. Mirapol® A-15, Mirapol® AD-1, Mirapol® AZ-1 der Miranol.

Geeignete Siliconverbindungen sind beispielsweise Dimethylpolysiloxane, Methyl-phenylpolysiloxane, cyclische Silicone sowie amino-, fettsäure-, alkohol-, polyether-, epoxy-, fluo- und/oder alkylmodifizierte Siliconverbindungen, die bei Raumtemperatur sowohl flüssig als auch harzförmig vorliegen können. Typische Beispiele für Fette sind Glyceride, als Wachse kommen u. a. Bienenwachs, Carnaubawachs, Candelillawachs, Montanwachs, Paraffinwachs oder Mikrowachse gegebenenfalls in Kombination mit hydrophilen Wachsen, z. B. Cetylstearylalkohol oder Partialglyceriden in Frage. Als Stabilisatoren können Metallsalze von Fettsäuren wie z. B. Magnesium-, Aluminium- und/oder Zinkstearat eingesetzt werden. Unter biogenen Wirkstoffen sind beispielsweise Tocopherol, Tocopherolacetat, Tocopherolpalmitat, Ascorbinsäure, Retinol, Bisabolol, Allantoin, Phytantriol, Panthenol, AHA-Säuren, Aminosäuren, Ceramide, Pseudoceramide, essentielle Öle, Pflanzenextrakte und Vitaminkomplexe zu verstehen. Als Antischuppenmittel können Clinbazol, Octopirox und Zinkpyrithion eingesetzt werden. Gebräuchliche Filmbildner sind beispielsweise Chitosan, mikrokristallines Chitosan, quaterniertes Chitosan, Polyvinylpyrrolidon, Vinyl-pyrrolidon-Vinylacetat-Copolymerisate, Polymere der Acrylsäurereihe, quaternäre Cellulose Derivate, Kollagen, Hyaluronsäure bzw. deren Salze und ähnliche Verbindungen. Als Quellmittel für wäßrige Phasen können Montmorillonite, Clay Mineralstoffe, Penulen sowie alkylmodifizierte Carbopoltypen (Goodrich) dienen.

Unter UV-Lichtschutzfiltern sind organische Substanzen zu verstehen, die in der Lage sind, ultraviolette Strahlen zu absorbieren und die aufgenommene Energie in Form fingerwelliger Strahlung, z. B. Wärme wieder abzugeben. Typische Beispiele sind 4-Aminobenzoesäure sowie ihre Ester und Derivate (z. B. 2-Ethylhexyl-p-dimethylaminobenzoat oder p-Dimethylaminobenzoesäureoctylester), Methoxyzimtsäure und ihre Derivate (z. B. 4-Methoxyzimtsäure-2-ethylhexylester), Benzophenone (z. B. Oxybenzon, 2-Hydroxy-4-methoxybenzophenon), Dibenzoylmethane, Salicylatester, 2-Phenylbenzimidazol-5-sulfonsäure, 1-(4-tert-Butylphenyl)-3-(4'-methoxyphenyl)-propan-1,3-dion, 3-(4'-Methylbenzyliden-boran-2-on, Methylbenzylidencampher und dergleichen. Weiterhin kommen für diesen Zweck auch feindisperse Metalloxide bzw. Salze in Frage, wie beispielsweise Titandioxid, Zinkoxid, Eisenoxid, Aluminiumoxid, Cer-oxid, Zirkoniumoxid, Silicate (Talk) und Bariumsulfat. Die Partikel sollten dabei einen mittleren Durchmesser von weniger als 100 nm, vorzugsweise zwischen 5 und 50 nm und insbesondere zwischen 15 und 30 nm aufweisen. Sie können eine sphärische Form aufweisen, es können jedoch auch solche Partikel zum Einsatz kommen, die eine ellipsoide oder in sonstiger Weise von der sphärischen Gestalt abweichende Form besitzen. Neben den beiden vorgenannten Gruppen primärer Lichtschutzstoffe können auch sekundäre Lichtschutzmittel vom Typ der Antioxidantien eingesetzt werden, die die photochemische Reaktionskette unterbrechen, welche ausgelöst wird, wenn UV-Strahlung in die Haut eindringt. Typische Beispiele hierfür sind Superoxid-Dismutase, Tocopherole (Vitamin E) und Ascorbinsäure (Vitamin C).

Zur Verbesserung des Fließverhaltens können ferner Hydrotrope wie beispielsweise Ethanol, Isopropylalkohol, oder Polyole eingesetzt werden. Polyole, die hier in Betracht kommen, besitzen vorzugsweise 2 bis 15 Kohlenstoffatome und mindestens zwei Hydroxylgruppen. Typische Beispiele sind

Glycerin;

Alkylenglycole wie beispielsweise Ethylenglycol, Diethylenglycol, Propylenglycol, Butylenglycol, Hexylenglycol sowie Polyethylenglycole mit einem durchschnittlichen Molekulargewicht von 100 bis 1000 Dalton;

technische Oligoglyceringemische mit einem Eigenkondensationsgrad von 1,5 bis 10 wie etwa technische Diglyceringemische mit einem Diglyceringehalt von 40 bis 50 Gew.-%;

Methylverbindungen, wie insbesondere Trimethylolmethan, Trimethylolpropan, Trimethylolbutan, Pentaerythrit und Dipentaerythrit;

Niedrigalkylglucoside, insbesondere solche, mit 1 bis 8 Kohlenstoffen im Alkylrest wie beispielsweise Methyl- und Butylglucosid;

Zuckeralkohole mit 5 bis 12 Kohlenstoffatomen wie beispielsweise Sorbit oder Mannit,

Zucker mit 5 bis 12 Kohlenstoffatomen wie beispielsweise Glucose oder Saccharose;

Aminozucker wie beispielsweise Glucamin.

5

Als Konservierungsmittel eignen sich beispielsweise Phenoxyethanol, Formaldehydlösung, Parabene, Pentandiol oder Sorbinsäure. Als Insekten-Repellentien kommen N,N-Diethyl-m-toluamid, 1,2-Pentandiol oder Insect repellent 3535 in Frage, als Selbstbräuer eignet sich Dihydroxyacetone.

Als Parfümöle seien genannt die Extrakte von Blüten (Lavendel, Rosen, Jasmin, Neroli), Stengeln und Blättern (Geranium, Patchouli, Petigrain), Früchten (Anis, Koriander, Kümmel, Wacholder), Fruchtschalen (Bergamotte, Zitrone, Orangen), Wurzeln (Macis, Angelica, Sellerie, Kardamon, Costus, Iris, Calmus), Hölzern (Sandel-, Guajak-, Zedern-, Rosenholz), Kräutern und Gräsern (Estragon, Lemongras, Salbei, Thymian), Nadeln und Zweigen (Fichte, Tanne, Kiefer, Latschen), Harzen und Balsamen (Galbanum, Eleni, Benzoe, Myrhe, Olibanum, Opoponax). Weiterhin kommen tierische Rohstoffe in Frage, wie beispielsweise Moschus, Zibet und Castoreum. Als synthetische bzw. halbsynthetische Parfümöle kommen Ambroxan, Eugenol, Isoeugenol, Citronellal, Hydroxycitronellal, Geraniol, Citronellol, Geranylacetat, Citral, Ionon und Methylionon in Betracht.

10

15

Als Farbstoffe können die für kosmetische Zwecke geeigneten und zugelassenen Substanzen verwendet werden, wie sie beispielsweise in der Publikation "Kosmetische Farbmittel" der Farbstoffkommission der Deutschen Forschungsgemeinschaft, Verlag Chemie, Weinheim, 1984, S. 81-106 zusammengestellt sind. Diese Farbstoffe werden üblicherweise in Konzentrationen von 0,001 bis 0,1 Gew.-%, bezogen auf die gesamte Mischung, eingesetzt.

20

Der Gesamtanteil der Hilfs- und Zusatzstoffe kann 1 bis 50, vorzugsweise 5 bis 40 Gew.-% bezogen auf die Mittel betragen. Die Herstellung der Mittel kann durch übliche Kalt- oder Heißprozesse erfolgen; vorzugsweise arbeitet man nach der Phaseninversionstemperatur-Methode.

25

### Beispiele

Die in der nachstehenden Tabelle 1 dargestellten Zubereitungen wurden 4 gew.-%ig in Wasser (16°D, 20°C) dispergiert. Die Dispergierbarkeit wurde nach folgender Skala bewertet: (+) = mehrmaliges Umrühren erforderlich, (++) = leichtes Umrühren erforderlich, (+++) = spontane Emulsionsbildung. Die Viskosität wurde nach der Brookfield-Methode (RVF-Viskosimeter, Spindel 1, 20°C, 10 Upm) nach 24 h und 7 d Lagerung beurteilt. Die Homogenität der Lösungen wurde nach einer Lagerung von 7 d visuell nach folgender Skala eingestuft: (-) = Phasentrennung, (+) = leichte Trübung, (++) = keine Trübung. Die Beispiele 1 bis 4 sind erfindungsgemäß, die Beispiele V1 bis V4 dienen zum Vergleich.

30

Tabelle 1

35

### Selbstemulgierende Zubereitungen

Zusammensetzung/ Performance	1	2	3	4	V1	V2	V3	V4
Esterquat*	25	25	25	25	15	25	25	25
Cetylstearyl Alcohol	60	30	30	30	50	60	60	60
Glyceryl Stearate	0	30	30	30	0	15	-	-
Glyceryl Laurate	15	15	10	10	35	-	-	-
Coco Glucoside	-	-	5	-	-	-	15	-
Polyglyceryl-2- Polyhydroxystearate	-	-	-	5	-	-	-	15
<b>Dispergierbarkeit</b>	+++	+++	+++	+++	+	Instabil	+	+
<b>Viskosität nach 24 h [mPas]</b>	4.400	4.400	2.000	2.900	1.000	-	1.200	1.950
<b>Viskosität nach 7 d [mPas]</b>	4.550	4.800	2.300	3.200	1.100	-	1.800	2.700
<b>Homogenität</b>	++	++	++	++	+	-	+	+

40

45

50

55

60

\*) methylquaternierter Dipalmitätsäuretriethanolamin-Ester, Methylsulfat-Salz

### Patentansprüche

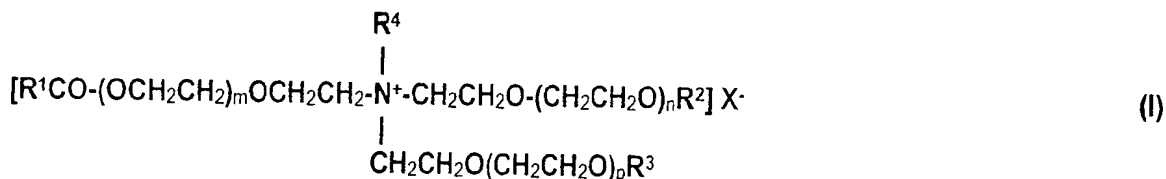
65

1. Selbstemulgierende Zubereitungen, enthaltend

(a) 20 bis 25 Gew.-% Esterquats

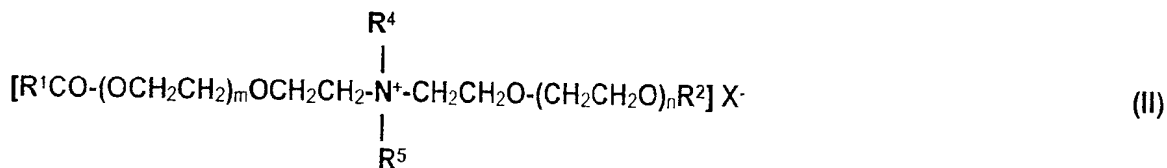
(b) 60 bis 65 Gew.-% Ölkörper und

- (c) 10 bis 20 Gew.-% Emulgatoren vom Typ der Partialglyceride von Fettsäuren mit 6 bis 14 Kohlenstoffatomen,  
mit der Maßgabe, daß sich die Mengenangaben zu 100 Gew.-% ergänzen.
2. Zubereitungen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie Esterquats der Formel (I) enthalten,



in der  $\text{R}^1\text{CO}$  für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $\text{R}^2$  und  $\text{R}^3$  unabhängig voneinander für Wasserstoff oder  $\text{R}^1\text{CO}$ ,  $\text{R}^4$  für einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder eine  $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_q\text{H}$ -Gruppe, m, n und p in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12, q für Zahlen von 1 bis 12 und X für Halogenid, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht.

3. Zubereitungen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie Esterquats der Formel (II) enthalten,



in der  $\text{R}^1\text{CO}$  für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $\text{R}^2$  für Wasserstoff oder  $\text{R}^1\text{CO}$ ,  $\text{R}^4$  und  $\text{R}^5$  unabhängig voneinander für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, m und n in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12 und X für Halogenid, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht.

4. Zubereitungen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie Esterquats der Formel (III) enthalten,



in der  $\text{R}^1\text{CO}$  für einen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $\text{R}^2$  für Wasserstoff oder  $\text{R}^1\text{CO}$ ,  $\text{R}^4$ ,  $\text{R}^6$  und  $\text{R}^7$  unabhängig voneinander für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, m und n in Summe für 0 oder Zahlen von 1 bis 12 und X für Halogenid, Alkylsulfat oder Alkylphosphat steht.

5. Zubereitungen nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Ölkörper Fettalkohole der Formel (IV) enthalten,



in der  $\text{R}^8$  für einen linearen oder verzweigten Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen steht.

6. Zubereitungen nach den Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Ölkörper Partialglyceride der Formel (V) enthalten,



in der  $\text{R}^9\text{CO}$  für einen linearen oder verzweigten, gesättigten und/oder ungesättigten Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen,  $\text{R}^{10}$  und  $\text{R}^{11}$  unabhängig voneinander für Wasserstoff oder  $\text{R}^9\text{CO}$  steht, mit der Maßgabe, daß mindestens einer der beiden Reste  $\text{R}^{10}$  und  $\text{R}^{11}$  Wasserstoff darstellt.

7. Zubereitungen nach den Ansprüchen 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Emulgatoren Partialglyceride der Formel (VI) enthalten,

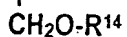




|



|



(VI) 5

in der  $\text{R}^{12}\text{CO}$  für einen Acylrest mit 12 bis 14 Kohlenstoffatomen,  $\text{R}^{13}$  und  $\text{R}^{14}$  unabhängig voneinander für Wasserstoff oder  $\text{R}^{12}\text{CO}$  steht, mit der Maßgabe, daß mindestens einer der beiden Reste  $\text{R}^{13}$  und  $\text{R}^{14}$  Wasserstoff darstellt. 10

8. Zubereitungen nach den Ansprüchen 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß sie als weitere Emulgatoren Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside enthalten.

9. Zubereitungen nach den Ansprüchen 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß sie als weitere Emulgatoren Polyol poly-12-hydroxystearate enthalten. 15

10. Verwendung von Zubereitungen nach den Ansprüchen 1 bis 9 zur Herstellung von kosmetischen Mitteln.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

- Leerseite -